```
7/9/1 DIALOG(R)File 351:Derwent WPI (c) 2002 Thomson Derwent. All rts. reserv.
010543981
WPI Acc No: 1996-040934/199605
Related WPI Acc No: 1996-058328
XRAM Acc No: C96-013844
  Mineral fibre compsn. - consisting of oxide(s) of silicon@,
  aluminium@, calcium@, magnesium@, sodium@, potassium@, boron@, and
 phosphorus@.
Patent Assignee: ISOVER SAINT-GOBAIN (COMP ); GRUENZWEIG & HARTMANN AG
  (GRUZ )
Inventor: BERNARD J L; DE MERINGO A; FURTAK H; ROUYER E; ROYER E
Number of Countries: 007 Number of Patents: 007
Patent Family:
Patent No
                     Date
                             Applicat No
                                            Kind Date
                                                             Week
              Kind
                   19951221
                                                 19940619
                                                            199605
               A1
                             DE 4421120
                                             Α
DE 4421120
                                                            199617
FI 9600638
                   19960213
                             WO 95EP2375
                                             Α
                                                 19950619
                                                 19960213
                             FI 96638
                                             Α
                                                           199620
NO 9600633
                   19960216
                             WO 95EP2375
                                             Α
                                                 19950619
                                                 19960216
                             NO 96633
                                             Α
                                                            199622
                   19960424
                             ZA 954709
                                             Α
                                                 19950607
ZA 9504709
               Α
                                                 19950619
BR 9505495
                   19960820
                             BR 955495
                                             Α
               Α
                                                 19950619
                             WO 95EP2375
                                             Α
                                                            199719
                             TW 95106412
                                                 19950620
TW 296364
               Α
                   19970121
                                             A
                   19960918
                            CN 95190711
                                             Α
                                                 19950619
                                                           199801
CN 1131410
               Α
Priority Applications (No Type Date): DE 4421120 A 19940619; DE 1003170 A
  19950201
Patent Details:
                                     Filing Notes
Patent No Kind Lan Pg
                         Main IPC
                  5 C03C-013/06
DE 4421120 A1
                    18 C03C-000/00
ZA 9504709
              Α
                                     Based on patent WO 9535265
BR 9505495
              Α
                       C03C-013/00
                       C03C-000/00
FI 9600638
              Α
NO 9600633
                       C03C-013/00
              Α
TW 296364
                       C03B-037/00
              Α
                    C03C-013/00
CN 1131410
              Α
Abstract (Basic): DE 4421120 A
        Mineral fibre compsn. consists of (in wt.%): 45-60 SiO2, 0-5 Al2O3,
    7-18 CaO, 3-8 MgO, 8-18 Na2O, 0-4 K2O, 1-12 B2O3, 0-4 P2O5, 0-5
    impurities, 8-22 Na20 + K20, and 10-25 CaO + MgO.
        ADVANTAGE - The compsn. is biologically degradable.
        Dwg.0/0
Title Terms: MINERAL; FIBRE; COMPOSITION; CONSIST; OXIDE; SILICON;
  ALUMINIUM; CALCIUM; MAGNESIUM; SODIUM; POTASSIUM; BORON; PHOSPHORUS
Derwent Class: F01; L01; L02
International Patent Class (Main): C03B-037/00; C03C-000/00; C03C-013/00;
  C03C-013/06
International Patent Class (Additional): C03C-003/097
File Segment: CPI
Manual Codes (CPI/A-N): F01-D09; F03-C08; L02-D11
Derwent Registry Numbers: 1498-U; 1503-U; 1510-U; 1517-U; 1523-U; 1544-U;
  1694-U
```

© 2002 The Dialog Corporation

10116100



(9) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

[®] Offenlegungsschrift[®] DE 44 21 120 A 1

(5) Int. Cl.⁶: C 03 C 13/06



DEUTSCHES PATENTAMT

21) Aktenzeichen:

P 44 21 120.1

2 Anmeldetag:

19. 6.94

43 Offenlegungstag:

21. 12. 95

(7) Anmelder:

Grünzweig + Hartmann AG, 67059 Ludwigshafen, DE

(74) Vertreter:

Kador, U., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., Pat.-Anw., 80469 München ② Erfinder:

Bernard, Jean Luc, Clermont, FR; De Meringo, Alain, Paris, FR; Rouyer, Elisabeth, Asnières, FR; Furtak, Hans, Dr., 67346 Speyer, DE

THE BRITISH LIBRARY

25 JAN 1996 Science reference and Information service

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

- (S) Mineralfaserzusammensetzungen
- Biologisch abbaubare Mineralfaserzusammensetzung, gekennzeichnet durch folgende Bestandteile in Gewichtsprozent:

SiO ₂	45	bis	60
Al ₂ O ₃	0	bis	5
Ca0	7	bis	18
MgO	3	bis	8
Na ₂ O	8	bis	18
к ₂ 0	0	bis	4
B ₂ O ₃	1	bis	12
P205	0	bis	4
diverse	0	bis	5
Na ₂ 0 + K ₂ 0	8	bis	22

CaO + MgO

10 bis 25.

Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf eine Mineralfaserzusammensetzung, die biologisch abbaubar ist.

Es sind im Stande der Technik einige Mineralfaserzusammensetzungen beschrieben, von denen angegeben wird, daß sie biologisch abbaubar sind.

Die biologische Abbaubarkeit von Mineralfaserzusammensetzungen ist insofern von großer Bedeutung, weil einige Untersuchungen darauf hinweisen, daß Mi- 10 neralfasern mit sehr kleinen Durchmessern im Bereich von kleiner 3 µm kanzerogen sein könnten, biologisch abbaubare Mineralfasern solcher Dimensionen aber keine Kanzerogenität zeigen.

Neben der biologischen Abbaubarkeit sind jedoch 15 auch die mechanischen und thermischen Eigenschaften der Mineralfasern bzw. der daraus hergestellten Produkte, die Beständigkeit der Mineralfasern sowie die Verarbeitbarkeit der Mineralfaserzusammensetzung von ausschlaggebender Bedeutung.

Mineralfasern werden beispielsweise in großem Umfang zu Dämmzwecken eingesetzt. Für diese Zwecke ist eine ausreichende Feuchtigkeitsbeständigkeit erforder-

Ferner muß die Mineralfaserzusammensetzung eine 29 Verarbeitbarkeit nach bekannten Verfahren zur Herstellung von Mineralfasern mit kleinem Durchmesser, wie beispielsweise der Zentrifugaltechnik, insbesondere der Innerzentrifugaltechnik, ermöglichen (diese Technik ist beispielsweise in der US-PS 4 203 745 beschrieben).

Aufgabe der Erfindung ist die Schaffung einer neuen Mineralfaserzusammensetzung, die sich durch biologische Abbaubarkeit auszeichnet, eine gute Stabilität bzw. Resistenz gegen Feuchtigkeit aufweist und sich gut verarbeiten läßt

Der Erfindung liegt die Erkenntnis zugrunde, daß diese Aufgabe durch eine Mineralfaserzusammensetzung gelöst werden kann, die erhebliche Mengen an Alkalioxiden und Erdalkalioxiden umfaßt, sowie gegebenenfalls Phosphoroxid enthält.

Es hat sich gezeigt, daß eine solche Mineralfaserzusammensetzung die Kombination der notwendigen Eigenschaften, nämlich biologische Abbaubarkeit, Resistenz gegen Feuchtigkeit sowie gute Verarbeitbarkeit erfüllt

Gegenstand der Erfindung ist eine Mineralfaserzusammensetzung, die biologisch abbaubar ist, die gekennzeichnet ist durch folgende Bestandteile in Gewichtsprozent:

45 bis 60
0 bis 5
7 bis 18
3 bis 8.
8 bis 18
0 bis 4
• • • • •
1 bis 12
0 bis 4
0 bis 5
8 bis 22
10 bis 25

zungen sind mit der Zentrifugaltechnik verarbeitbar. Die erhaltenen Fasern haben gute Beständigkeit gegen Feuchtigkeit. Überraschenderweise zeigen die Mineralfaserzusammensetzungen biologische Abbaubarkeit. Vorzugsweise weisen die erfindungsgemäßen Mineralfaserzusammensetzungen folgende Bestandteile in Gewichtsprozent auf:

3	SiO ₂	50 bis 58
	Al ₂ O ₃	0 bis 3
	CaO	10 bis 18
	MgO	4 bis 8
0	Na ₂ O	. 10 bis 17
	K ₂ O	0 bis 2
	B ₂ O ₃	3 bis 12
	P ₂ O ₅	0,5 bis 4
_	diverse	0 bis 2
5	Na ₂ O + K ₂ O	10 bis 20
	CaO + MgO	12 bis 24
	CaO , 11180	

Insbesondere weisen die erfindungsgemäßen Mineralfaserzusammensetzungen folgende Bestandteile in Gewichtsprozent auf:

	SiO ₂	50 bis 57
25	Al ₂ O ₃	0,5 bis 1,5
	CaO	11 bis 16
	MgO	4,5 bis 6
	Na ₂ O	12 bis 17
30	K ₂ O	0,5 bis 1
	B ₂ O ₃	5 bis 11
	P ₂ O ₅	1 bis 3
,	diverse	0,5 bis 1,0
	Na2O + K2O	11 bis 17
35	CaO + MgO	16 bis 22
	· -	*

Vorzugsweise weisen die erfindungsgemäßen Mineralfaserzusammensetzungen weniger als 55% Silicium-40 dioxid auf.

Auch ist es insbesondere bevorzugt, daß die Zusammensetzungen mehr als 5 Gewichtsprozent Magnesiumoxid enthalten.

Die biologische Abbaubarkeit kann durch den Zusatz von Phosphorpentoxid gesteigert werden. Die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen enthalten daher vorzugsweise mindestens 0,5 Gewichtsprozent P2O5-

Die Feuchtigkeitsbeständigkeit der erfindungsgemä-Ben Mineralfaserzusammensetzungen wurde mittels ei-50 ner Standardmethode, die als "DGG-Methode" bekannt ist, ermittelt. Bei der DGG-Methode werden 10 g feingemahlenes Mineral mit einer Korngröße zwischen etwa 360 und 400 µm in 100 ml Wasser beim Siedepunkt 5 Stunden gehalten. Nach schneller Abkühlung des Ma-55, terials wird die Lösung filtriert und ein bestimmtes Volumen des Filtrats zum Trockenen eingedampft. Das Gewicht des so erhaltenen trockenen Materials erlaubt es, die Menge an im Wasser gelöstem Mineral zu berechnen. Die Menge ist in Milligramm per Gramm des untersuchten Minerals angegeben.

Die biologische Abbaubarkeit der erfindungsgemäßen Mineralzusammensetzungen wurde untersucht, indem 1 g des Mineralpuly 13, wie bei der DGG-Methode beschrieben, in eine physiologische Lösung der nachste-Die erfindungsgemäßen Mineralfaserzusammenset- 65 henden Zusammensetzung mit einem pH-Wert von 7,4

eingebracht wurde:

NaCl	6.78	
NH ₄ Cl	0.535	
NaHCO ₃	2,268	
NaH ₂ PO ₄ H ₂ O	0,166	
(Na ₃ citrat) 2H ₂ O	0,059	
Glycin	0,450	
H₂SO₄	0,049	
CaCl ₂	0,022	

Es wurden dynamische Versuchsbedingungen gewählt, wie sie bei Scholze und Conradt beschrieben sind. Die Fließgeschwindigkeit betrug 300 ml/Tag. Die Versuchsdauer betrug 14 Tage. Die Ergebnisse sind als Prozent SiO₂ in der Lösung × 100 nach 14 Tagen angege- 15 trifugaltechnik verarbeitet werden.

Die Erfindung wird nachstehend anhand von Beispielen näher beschrieben.

Beispiel 1

Es wurde eine Zusammensetzung folgender Bestandteile in Gewichtsprozent hergestellt:

SiO ₂	56
Al_2O_3	0,5
CaO	15
MgO	4,0
Na ₂ O	16.2
K₂O	0,8
B ₂ O ₃	5 , 5
P ₂ O ₅	1,5
diverse	0,5

Diese Mineralzusammensetzung konnte mit der Zentrifugaltechnik verarbeitet werden.

Mittels der vorstehend beschriebenen DGG-Methode wurde ein Wert von 32 mg/g ermittelt.

Die vorstehend beschriebene Untersuchung der bio- 40 logischen Abbaubarkeit ergab einen Wert von 615.

Beispiel 2

Es wurde eine Zusammensetzung folgender Bestand- 45 teile in Gewichtsprozent hergestellt:

SiOz	54,5
Al ₂ O ₃	0,5
CaO	15
MgO	4,0
Na ₂ O	16,2
K₂O	0,8
B_2O_3	5 . 5
P2O5	3,0
diverse	0,5

Diese Mineralzusammensetzung konnte mit der Zentrifugaltechnik verarbeitet werden.

Mittels der vorstehend beschriebenen DGG-Methode wurde ein Wert von 32 mg/g ermittelt.

Die vorstehend beschriebene Untersuchung der biologischen Abbaubarkeit ergab einen Wert von 690.

Beispiel 3

teile in Gewichtsprozent hergestellt:

	SiO ₂	56
5	Al_2O_3	0,5
	CaO	13
	MgO	6
	Na ₂ O	16,2
)	K₂O	8,0
	B_2O_3	5,5
	P ₂ O ₅	1,5
	diverse	0,5

Diese Mineralzusammensetzung konnte mit der Zen-

Mittels der vorstehend beschriebenen DGG-Methode wurde ein Wert von 32 mg/g ermittelt.

Die vorstehend beschriebene Untersuchung der biologischen Abbaubarkeit ergab einen Wert von 615.

Beispiel 4

Es wurde eine Zusammensetzung folgender Bestandteile in Gewichtsprozent hergestellt:

25		
	SiO ₂	54,5
	Al ₂ O ₃	0,5
	CaO	13
	MgO	. 6
30	Na ₂ O	16,2
	K₂O	0,8
	B_2O_3	5,5
	P ₂ O ₅	. 3
35	diverse	0,5

Diese Mineralzusammensetzung konnte mit der Zentrifugaltechnik verarbeitet werden.

Mittels der vorstehend beschriebenen DGG-Methode wurde ein Wert von 32 mg/g ermittelt.

Die vorstehend beschriebene Untersuchung der biologischen Abbaubarkeit ergab einen Wert von 690.

Beispiel 5

Es wurde eine Zusammensetzung folgender Bestandteile in Gewichtsprozent hergestellt:

•	
SiO₂	56
Al ₂ O ₃	0,5
CaO	16
MgO	6
Na ₂ O	13,2
K ₂ O	0,8
B_2O_3	5,5
P ₂ O ₅	1,5
diverse	0,5
	SiO ₂ Al ₂ O ₃ CaO MgO Na ₂ O K ₂ O B ₂ O ₃

Diese Mineralzusammensetzung konnte mit der Zentrifugaltechnik verarbeitet werden.

Mittels der vorstehend beschriebenen DGG-Methode wurde ein Wert von 22 mg/g ermitteit.

Die vorstehend beschriebene Untersuchung der bio-65 logischen Abbaubarkeit ergab einen Wert von 585.

Es wurde eine Zusammensetzung folgender Bestandteile in Gewichtsprozent hergestellt:

SiO ₂	54,5
Al ₂ O ₃	0,5
CaO	16
MgO	6
Na ₂ O	13,2
K₂O	·0,8
B_2O_3	5,5 ·
P ₂ O ₅	3
diverse	0,5

Diese Mineralzusammensetzung konnte mit der Zentrifugaltechnik verarbeitet werden.

Mittels der vorstehend beschriebenen DGG-Methode wurde ein Wert von 22 mg/g ermittelt.

Die vorstehend beschriebene Untersuchung der biologischen Abbaubarkeit ergab einen Wert von 660.

Beispiel 7

Es wurde eine Zusammensetzung folgender Bestandteile in Gewichtsprozent hergestellt:

SiO ₂	54,5	
Al ₂ O ₃	. 1	
CaO	16	
MgO ·	6	
Na ₂ O	13.2	
K₂O	0,8	
B_2O_3	6,5	
P ₂ O ₅	- 1,5	
diverse	0,5	

Diese Mineralzusammensetzung konnte mit der Zentrifugaltechnik verarbeitet werden.

Mittels der vorstehend beschriebenen DGG-Methode wurde ein Wert von 17 mg/g ermittelt.

Die vorstehend beschriebene Untersuchung der biologischen Abbaubarkeit ergab einen Wert von 570.

Beispiel 8

Es wurde eine Zusammensetzung folgender Bestandteile in Gewichtsprozent hergestellt:

SiO ₂	53	
Al ₂ O ₃	1	
CaO	16	
MgO	6	
Na₂O	13,2	
K₂O	8,0	
B ₂ O ₃	6,5	
P ₂ O ₅	3	
diverse	0.5	

Diese Mineralzusammensetzung konnte mit der Zentrifugaltechnik verarbeitet werden.

Mittels der vorstehend beschriebenen DGG-Metho- 65 de wurde ein Wert von 17 mg/g ermittelt.

Die vorstehend beschriebene Untersuchung der biologischen Abbaubarkeit ergab einen Wert von 645.

Es wurde eine Zusammensetzung folgender Bestandteile in Gewichtsprozent hergesteilt:

5		
10 N K B	SiO ₂	50,5
	Al ₂ O ₃	1,5
	CaO	16
	MgO	8
	Na₂O	12,2
	K₂O	0,8
	B_2O_3	6.5
	P ₂ O ₅	4
15	diverse	0.5

Diese Mineralzusammensetzung konnte mit der Zentrifugaltechnik verarbeitet werden.

Mittels der vorstehend beschriebenen DGG-Metho-20 de wurde ein Wert von 7 mg/g ermittelt.

Die vorstehend beschriebene Untersuchung der biologischen Abbaubarkeit ergab einen Wert von 660.

Beispiel 10

Es wurde eine Zusammensetzung folgender Bestandteile in Gewichtsprozent hergestellt:

	SiO ₂	50,5
35	Al ₂ O ₃	1,5
	CaO	18
	MgO	6
	Na ₂ O	10,7
	K ₂ O	0,8
	B_2O_3	8
	P ₂ O ₅	4
	diverse	0,5

Diese Mineralzusammensetzung konnte mit der Zentrifugaltechnik verarbeitet werden.

Mittels der vorstehend beschriebenen DGG-Methode wurde ein Wert von 7 mg/g ermittelt.

Die vorstehend beschriebene Untersuchung der biologischen Abbaubarkeit ergab einen Wert von 660.

Beispiel 11

Es wurde eine Zusammensetzung folgender Bestand-50 teile in Gewichtsprozent hergestellt:

	SiO ₂	55
	Al ₂ O ₃	1
	CaO	11
55	MgO	5
	Na₂O	14,2
	K₂O	0,8
	B ₂ O ₃	11,5
o	P ₂ O ₅	1
•	diverse	0.5

Diese Mineralzusammensetzung konnte mit der Zentrifugaltechnik verarbeitet werden.

Mittels der vorstehend beschriebenen DGG-Methode wurde ein Wert von 31 mg/g ermittelt.

Die vorstehend beschriebene Untersuchung der biologischen Abbaubarkeit ergab einen Wert von 600.

Beispiel 12

Es wurde eine Zusammensetzung folgender Bestandteile in Gewichtsprozent hergestellt:

10
15

Diese Mineralzusammensetzung konnte mit der Zentrifugaltechnik verarbeitet werden.

Mittels der vorstehend beschriebenen DGG-Methode wurde ein Wert von 36 mg/g ermittelt.

Die vorstehend beschriebene Untersuchung der biologischen Abbaubarkeit ergab einen Wert von 620.

Patentansprüche

1. Mineralfaserzusammensetzung, die biologisch abbaubar ist, gekennzeichnet durch folgende Bestandteile in Gewichtsprozent:

SiO ₂	45 bis 60	30
Al ₂ O ₃	0 bis 5 '	
CaO	7 bis 18	
MgO	3 bis 8	
Na ₂ O	8 bis 18	
K ₂ O	0 bis 4	35
B ₂ O ₃	1 bis 12	
P ₂ O ₅	0 bis 4	
diverse	0 bis 5	
Na ₂ O + K ₂ O	8 bis 22	40
CaO + MgO	10 bis 25	

2. Mineralfaserzusammensetzung nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch folgende Bestandteile in Gewichtsprozent:

SiO ₂	50 bis 58	
Al ₂ O ₃	0 bis 3	
CaO `	10 bis 18	50
MgO	4 bis 8	
Na ₂ O	10 bis 17	
K₂O	0 bis 2	
B ₂ O ₃	3 bis 12	55
P ₂ O ₅	0,5 bis 4	33
diverse	0 bis 2	
Na2O + K2O	10 bis 20	
CaO + MgO	12 bis 24	
		60

3. Mineralfaserzusammensetzung nach Anspruch 1 oder 2. gekennzeichnet durch folgende Bestandteile in Gewichtsprozent:

SiO ₂	50 bis 57
Al ₂ O ₃	2,1 bis 1,5
CaO	11 bis 16
MgO	4,5 bis 6
Na ₂ O	12 bis 17
K₂O	0,5 bis 1
B ₂ O ₃	5 bis 11
P ₂ O ₅	1 bis 3
diverse	0,5 bis 1,0
Na ₂ O + K ₂ O	11 bis 17
CaO + MgO	16 bis 22

- 4. Mineralfaserzusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Siliciumdioxid weniger als 55 Gewichtsprozent beträgt.
- 5. Mineralfaserzusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Magnesiumoxid mehr als 5 Gewichtsprozent beträgt.